

7Q

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 06-168998

(43)Date of publication of application : 14.06.1994

(51)Int.Cl.

H01L 21/66

(21)Application number : 04-343277

(71)Applicant : SONY CORP

(22)Date of filing : 30.11.1992

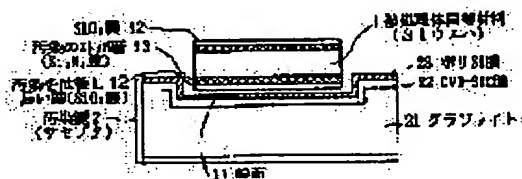
(72)Inventor : TAKIZAWA RITSUO

## (54) EVALUATING METHOD FOR CONTAMINATION

## (57)Abstract:

PURPOSE: To provide a method for evaluating contamination which can know an actual contamination quantity from a contamination source to an element to be treated and a method for evaluating contamination which can know a contamination quantity to be actually applied from the element to be treated by the source.

CONSTITUTION: A method for evaluating contamination evaluates the contamination to be applied from a contamination source 2 to an element 1 to be treated or evaluates the contamination to be applied by the element from the source. The method comprises the steps of forming a contact part made of the same material as that of the element to be treated and brought into contact with the source in a mirror surface 11, bringing a material 1 formed with a layer 12 easy to diffuse contamination from the source side and a stopper layer 13 for the contamination used as the contact part into contact with the source, and then conducting a totally reflected fluorescent X-ray analysis on the mirror surface.



## LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

01.09.1999

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

3259386

[Date of registration]

14.12.2001

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平6-168998

(43)公開日 平成6年(1994)6月14日

|                          |      |         |     |        |
|--------------------------|------|---------|-----|--------|
| (51)Int.Cl. <sup>3</sup> | 識別記号 | 庁内整理番号  | F I | 技術表示箇所 |
| H 0 1 L 21/66            | Z    | 7377-4M |     |        |
|                          | L    | 7377-4M |     |        |
|                          | Y    | 7377-4M |     |        |

審査請求 未請求 請求項の数4(全 6 頁)

(21)出願番号 特願平4-343277

(22)出願日 平成4年(1992)11月30日

(71)出願人 000002185

ソニー株式会社

東京都品川区北品川6丁目7番35号

(72)発明者 滝澤 律夫

東京都品川区北品川6丁目7番35号 ソニ

ー株式会社内

(74)代理人 弁理士 高月 亨

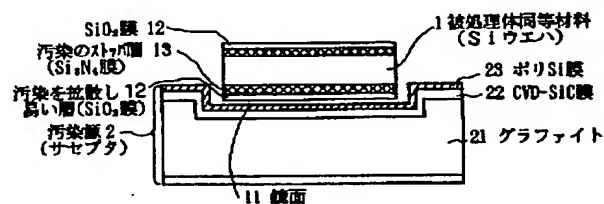
(54)【発明の名称】 汚染の評価方法

(57)【要約】

【目的】 汚染源が被処理体に与える実際の汚染量を知ることができる汚染の評価方法、及び被処理体が実際に汚染源により与えられる汚染量を知ることができる汚染の評価方法を提供する。

【構成】 汚染源2が被処理体1に与える汚染の評価方法もしくは被処理体汚染源により与えられる汚染の評価方法であって、被処理体と同等の材料で、かつ汚染源との接触部は鏡面11をなしており、かつ該接触部には汚染源の側から汚染を拡散し易い層12及び汚染のストップ層13が形成されている材料1を用い、該材料を汚染源に接触させた後、前記鏡面において全反射蛍光X線分析を行う汚染の評価方法。

実施例1の構成図



## 【特許請求の範囲】

【請求項1】汚染源が被処理体に与える汚染の評価方法であって、

被処理体と同等の材料であって、かつ汚染源との接触部は鏡面をなしており、かつ該接触部には汚染源の側から汚染を拡散し易い層及び汚染のストップ層が形成されている材料を用い、

該材料を汚染源に接触させた後、前記鏡面において全反射蛍光X線分析を行うことを特徴とする汚染の評価方法。

【請求項2】汚染源が被処理体に与える汚染の評価方法であって、

被処理体と同等の材料であって、かつ汚染源との接触部は鏡面をなしており、かつ該接触部には汚染源の側から汚染を拡散し易い層及び汚染のストップ層が形成されている材料を用い、

該材料を汚染源に接触させ、前記被処理体に施される処理と同等の処理を施した後、前記鏡面において全反射蛍光X線分析を行うことを特徴とする汚染の評価方法。

【請求項3】被処理体が汚染源により与えられる汚染の評価方法であって、

被処理体と同等の材料であって、かつ汚染源との接触部は鏡面をなしており、かつ該接触部には汚染源の側から汚染を拡散し易い層及び汚染のストップ層が形成されている材料を用い、

該材料を汚染源に接触させた後前記鏡面において全反射蛍光X線分析を行うことを特徴とする汚染の評価方法。

【請求項4】被処理体が汚染源により与えられる汚染の評価方法であって、

被処理体と同等の材料であって、かつ汚染源との接触部は鏡面をなしており、かつ該接触部には汚染源の側から汚染を拡散し易い層及び汚染のストップ層が形成されている材料を用い、

該材料を汚染源に接触させ、前記被処理体に施される処理と同等の処理を施した後、前記鏡面において全反射蛍光X線分析を行うことを特徴とする汚染の評価方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【産業上の利用分野】本発明は、汚染の評価方法に関し、特に、汚染源が被処理体に与える汚染の評価方法、及び被処理体が汚染源により与えられる汚染の評価方法に関するものである。本発明は、例えば、半導体ウェハに各種処理を施す場合について、該半導体ウェハを支持する支持台であるサセプタ（これが汚染源になる）がどの程度被処理体である半導体ウェハを汚染するかを評価する方法として利用することができる。

## 【0002】

【従来の技術】各種分野において、被処理材料にクリーン度が厳しく要請されることが多くなっている。例えば、電子材料の分野においては、半導体素子の高密度

化、微細化に伴い、種々段階において汚染防止が高度に要求されている。

【0003】ところで、使用する原材料や環境等に対するクリーン化要求が増々厳しいものになって来ている一方、半導体プロセス装置内部で発生する汚染も決して少なくなく、ウェハ保持に用いられるサセプタ（一般に、グラファイトやポリSiやSiCにCVD-SiCやポリSi膜等を単独あるいは組合わせてコートして形成する）から半導体ウェハに混入する不純物量も相当に多

い。例えばSiウェハのエピタキシャル成長装置では、サセプタとしてグラファイトにSiCをCVDコートし更にエピ直前にポリSiコートして用いているが、エピ形成温度（1100～1150℃）中にサセプタ中の重金属（SiCやポリSiに比べグラファイト中に多く含まれる）がSiウェハ中に拡散し、エピタキSiの品質を劣化させている。

【0004】従来行われていたサセプタ起因汚染の評価法は、主にサセプタ自身の分析であった。例えば、Siエピ用サセプタでは①ポリSi、SiC、グラファイト全体を中性子放射化分析する、②グラファイトをグラインド、または酸化処理等で除去後、ポリSi、SiCを粉碎、溶解（例えばHF/HNO<sub>3</sub>やNa<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>を使用）して原子吸光分析やICP-MS法で測定を行っていた。しかしながら、これらの方法では、サセプタ材料の全体もしくは個々の純度は測定できるものの、実プロセス工程で実際にサセプタからウェハに混入する不純物量は評価できず、分析結果と、その工程での素子劣化とは必ずしも1対1に対応が取れない。また多層構造のサセプタでは上層の膜質（例えばピンホールの有無等）が重金属拡散に大きな影響を与えるが、このような影響も従来法では評価不可能である。

## 【0005】

【発明が解決しようとする問題点】上述したように、従来の技術にあつては、半導体ウェハ等の被処理体に、ウェハサセプタ等の汚染源が実際にどの程度の汚染を与えるかということが、厳密に評価できるものではなかった。

【0006】本発明は、上記従来技術の問題点を解決した技術を提供しようとするもので、汚染源が被処理体に与える実際の汚染量を知ることができる汚染の評価方法、及び被処理体が実際に汚染源により与えられる汚染量を知ることができる汚染の評価方法を提供することを目的とする。

## 【0007】

【問題点を解決するための手段】本出願の請求項1の発明は、汚染源が被処理体に与える汚染の評価方法であつて、被処理体と同等の材料であつて、かつ汚染源との接触部は鏡面をなしており、かつ該接触部には汚染源の側から汚染を拡散し易い層及び汚染のストップ層が形成されている材料を用い、該材料を汚染源に接触させた後、

前記鏡面において全反射蛍光X線分析を行うことを特徴とする汚染の評価方法であって、これにより上述した目的を達成するものである。

【0008】本出願の請求項2の発明は、汚染源が被処理体に与える汚染の評価方法であって、被処理体と同等の材料であって、かつ汚染源との接触部は鏡面をなしており、かつ該接触部には汚染源の側から汚染を拡散し易い層及び汚染のストップ層が形成されている材料を用い、該材料を汚染源に接触させ、前記被処理体に施される処理と同等の処理を施した後、前記鏡面において全反射蛍光X線分析を行うことを特徴とする汚染の評価方法であって、これにより上述した目的を達成するものである。

【0009】本出願の請求項3の発明は、被処理体が汚染源により与えられる汚染の評価方法であって、被処理体と同等の材料であって、かつ汚染源との接触部は鏡面をなしており、かつ該接触部には汚染源の側から汚染を拡散し易い層及び汚染のストップ層が形成されている材料を用い、該材料を汚染源に接触させた後前記鏡面において全反射蛍光X線分析を行うことを特徴とする汚染の評価方法であって、これにより上述した目的を達成するものである。

【0010】本出願の請求項4の発明は、被処理体が汚染源により与えられる汚染の評価方法であって、被処理体と同等の材料であって、かつ汚染源との接触部は鏡面をなしており、かつ該接触部には汚染源の側から汚染を拡散し易い層及び汚染のストップ層が形成されている材料を用い、該材料を汚染源に接触させ、前記被処理体に施される処理と同等の処理を施した後、前記鏡面において全反射蛍光X線分析を行うことを特徴とする汚染の評価方法であって、これにより上述した目的を達成するものである。

【0011】本発明において、被処理体と同等の材料とは、汚染評価のために形成する鏡面、汚染を拡散し易い層、汚染のストップ層以外は実際の被処理体と同じもの、あるいは同じものとしての測定対象となり得るものを言う。

【0012】また、被処理体に施される処理と同等の処理とは、実際の処理工程で行うのと同じ処理、または同じ効果のある処理を言う。

【0013】本発明において、全反射蛍光X線分析とは、TRXRF (Total Reflection X-Ray Fluorescence) と称される分析方法で、これは光学的に平坦な試料面に励起X線を全反射が生じる角度  $[\theta = 5 \cdot 4 \times 10^{10} \cdot Z \cdot \rho \cdot \lambda / A]^{1/2}$ 、 $Z$ 、 $A$ 、 $\rho$ ； $\lambda$ は反射試料の原子番号、質量数、密度； $\lambda$ はX線の波長]で入射させ、発生した固有X線を測定する手法である。この手法は、一般にSiに限らず光学的鏡面を有する試料の表面元素分析に広く応用されている。また、材料バルクを評価する蛍光X線分析も広く使用されている。

【0014】半導体分野でSiウェハ表面の不純物をTRXRFで測定することは公知であり（例えば特開平4-144151参照）、半導体分野での専用の装置も市販されている。

【0015】本発明の構成の概要について、後記詳述する本発明の一実施例を示す図1の例示を用いて説明すると、次のとおりである。

【0016】図1は、被処理体1であるSiウェハについて、エピ形成を行うため、これを熱処理する場合に、ウェハ支持部であるサセプタに支持させるが、このときサセプタが汚染源2となるので、このサセプタ（汚染源2）が被処理体1であるウェハに与える汚染を評価しようとする例を示している。

【0017】このような場合に具体化できるように、本発明は、汚染源2であるサセプタが被処理体であるSiウェハに与える汚染を評価する場合に、被処理体と同等の材料であって、即ち図示例の場合Siウェハであって、かつ汚染源2との接触部は鏡面11をなしており、かつ該接触部12は汚染源の側から汚染を拡散し易い層12（ここではSiO<sub>2</sub>膜）及び汚染のストップ層13（ここではSi<sub>3</sub>N<sub>4</sub>膜）が形成されている材料1を用い、該材料1を汚染源3に接触させ、必要に応じ被処理体に施される処理と同等の処理を施した後、鏡面11において全反射蛍光X線分析を行い、汚染源2が被処理体に与える汚染を評価するものである。

【0018】また、本発明は、被処理体であるSiウェハが汚染源2であるサセプタにより与えられる汚染を評価する場合に、被処理体と同等の材料であって、即ち図示例の場合Siウェハであって、かつ汚染源2との接触部は鏡面11をなしており、かつ該接触部12は汚染源の側から汚染を拡散し易い層（ここではSiO<sub>2</sub>膜）及び汚染のストップ層13（ここではSi<sub>3</sub>N<sub>4</sub>膜）が形成されている材料1を用い、該材料1を汚染源3に接触させ、必要に応じ被処理体に施される処理と同等の処理を施した後、鏡面11において全反射蛍光X線分析を行い、汚染源2により被処理体が与えられる汚染を評価するものである。

【0019】

【作用】本発明によれば、実際に汚染源が被処理体に汚染を与えるのと全く同等の条件で処理を行った材料を分析するので、実際に汚染源が被処理体に与えるのと同じ汚染を忠実に評価できる。

【0020】

【実施例】以下、本出願の発明の実施例について、図面を参照して説明する。なお当然のことではあるが、本発明は以下の実施例により限定を受けるものではない。

【0021】実施例1

この実施例は、本発明を、Siウェハのエピタキシ処理の場合の熱処理における、サセプタがSiウェハに与える汚染の評価のために用いた例である。

【0022】即ち、本実施例では、半導体製造プロセス中にウェハ保持サセプタから半導体ウェハに混入する汚染を簡単に評価できるようにした。

【0023】本実施例では、図1に示すように、汚染のストップ層13である $\text{Si}_3\text{N}_4$ 膜と、その上に10nm以下の $\text{SiO}_2$ 膜を汚染を吸収し易い層12として形成した $\text{Si}$ ウェハを汚染評価用材料1として用い、この鏡面11が汚染源2であるサセプタと接触するように保持し、該サセプタを有する半導体製造装置で通常行うのと同じまたは同じ効果が期待される熱処理以上の処理を施した後に、該材料1( $\text{Si}$ ウェハ)を取り出して、そのミラー面を全反射蛍光X線分析(TRXRF)により表面不純物測定する。汚染源2(サセプタ)から拡散した不純物元素のうち、素子特性に影響を及ぼす重金属は、汚染を拡散し易い層12として機能する $\text{SiO}_2$ 膜を介して進行し、ほとんどの元素は $\text{Si}_3\text{N}_4$ / $\text{SiO}_2$ 界面近傍でトラップされ、 $\text{Si}$ ウェハまで拡散しない。 $\text{Si}_3\text{N}_4$ 膜が汚染のストップとして機能するからである。なお、TRXRFでは、表面から約10nmの深さの不純物に起因した蛍光X線を検出しているので、 $\text{SiO}_2$ 膜は10nm以下にした。

【0024】 $\text{Si}_3\text{N}_4$ 膜上の $\text{SiO}_2$ 膜は、サセプタとの密着性向上と、拡散不純物のトラップ領域として形成することにより、高感度分析が可能となる。

【0025】更に具体的には、本実施例は $\text{Si}$ エピ装置に本発明を適用した例であるので、以下のように構成した。 $\text{CZSi}$ ウェハに、LP-CVDでストップ層13として約100nmの $\text{Si}_3\text{N}_4$ 膜(50~500nmの範囲で適宜選定するのが好ましい)を形成後、1000℃の湿式酸化で、 $\text{Si}_3\text{N}_4$ 表面に約5nmの $\text{SiO}_2$ 膜を形成する(X線検知できる厚みとするため、10nm以下、特に5~10nmの範囲で適宜選定するのが好ましい)。ミラー面が汚染源2となるサセプタに接触するようにセットする。サセプタはグラファイト21にCVD- $\text{SiC}$ 22を約100μmコートし、その上にポリ $\text{Si}$ 23を10μmコートして成る。

【0026】通常のエピ形成熱処理、例えば1150℃-20分から1100℃-10分(昇降温速度は70℃/分)の処理を施す。この時のガス雰囲気は $\text{N}_2$ や $\text{H}_2$

で、熱シュミレーションのみを行っても良いし、実プロセスと同じにしてエピ成長しても良い。

【0027】熱処理後 $\text{Si}$ ウェハをエピ炉から取出し、ミラー面のTRXRF分析を行い、サセプタからの汚染量を評価する。

【0028】図2は本実施例を用いて、メーカーの異なるサセプタA、BからのFeの汚染量を測定した結果である。本発明によりサセプタからの汚染量が簡便に測定でき、有効であることが分かる。なお、図2中、Refはブランクテストを示す。

#### 【0029】実施例2

本実施例は、LCD(レーザコンパクトディスク)に汚染源が与える汚染を評価するのに、本実施例を用いた。

【0030】ここでは、図3に示す評価材料1を使用した。即ち、LCD基板を構成する石英に、汚染のストップ層13である $\text{Si}_3\text{N}_4$ 膜及び汚染を拡散し易い層12としての $\text{SiO}_2$ 膜を形成して、評価用の材料1とした。

【0031】その他の評価プロセスは実施例1と同様の操作で、LCDに対して実際に施される処理に対応して実施した。

#### 【0032】

【発明の効果】本発明によれば、汚染源が被処理体と与える実際の汚染量を知ることができる汚染の評価方法、及び被処理体が実際に汚染源により与えられる汚染量を知ることができる汚染の評価方法を提供することができる。

#### 【図面の簡単な説明】

【図1】実施例1の汚染評価方法を説明する構成図である。

【図2】実施例1の汚染評価方法による評価結果を示す図である。

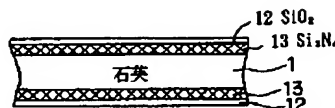
【図3】実施例2の汚染評価方法の評価材料の構成図である。

#### 【符号の説明】

- 1 (汚染評価) 材料
- 2 汚染源(サセプタ)
- 11 鏡面(ミラー面)
- 12 汚染を拡散し易い層( $\text{SiO}_2$ 膜)
- 13 汚染のストップ層( $\text{Si}_3\text{N}_4$ 膜)

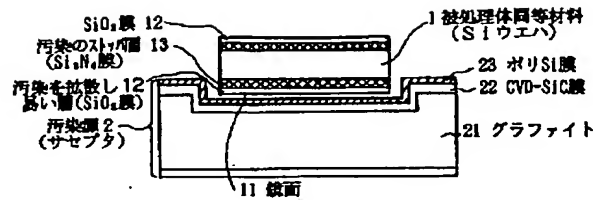
【図3】

実施例2の評価材料



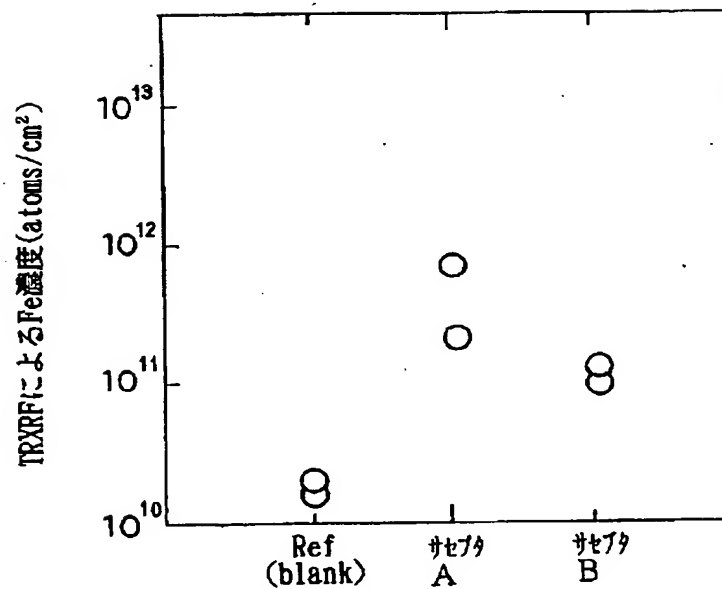
【図1】

実施例1の構成図



【図2】

実施例1での評価結果



## 【手続補正書】

【提出日】平成5年9月22日

## 【手続補正1】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0017

【補正方法】変更

## 【補正内容】

【0017】このような場合に具体化できるように、本発明は、汚染源2であるサセプタが被処理体であるSiウェハに与える汚染を評価する場合に、被処理体と同等

の材料であって、即ち図示例の場合Siウェハであって、かつ汚染源2との接触部は鏡面11をなしており、かつ該接触部12は汚染源の側から汚染を拡散し易い層12（ここではSiO<sub>2</sub>膜）及び汚染のストップ層13（ここではSi<sub>3</sub>N<sub>4</sub>膜）が形成されている材料1を用い、該材料1を汚染源2に接触させ、必要に応じ被処理体に施される処理と同等の処理を施した後、鏡面11において全反射蛍光X線分析を行い、汚染源2が被処理体に与える汚染を評価するものである。

## 【手続補正2】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0018

【補正方法】変更

【補正内容】

【0018】また、本発明は、被処理体であるSiウェハが污染源2であるサセプタにより与えられる汚染を評価する場合に、被処理体と同等の材料であって、即ち図示例の場合Siウェハであって、かつ污染源2との接触部は鏡面11をなしており、かつ該接触部12は污染源の側から汚染を拡散し易い層（ここではSiO<sub>2</sub>膜）及び汚染のストッパ層13（ここではSi<sub>3</sub>N<sub>4</sub>膜）が形成されている材料1を用い、該材料1を污染源2に接触

させ、必要に応じ被処理体に施される処理と同等の処理を施した後、鏡面11において全反射蛍光X線分析を行い、污染源2により被処理体与えられる汚染を評価するものである。

【手続補正3】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0029

【補正方法】変更

【補正内容】

【0029】実施例2

本実施例は、LCD (Liquid Crystal Display, 液晶表示デバイス) に污染源が与える汚染を評価するのに、本実施例を用いた。